

論文内容の要旨

氏名 本堂 剛

セラミックスの特性は、物質固有の特性だけでなく焼結体の微構造に大きく影響される。高性能・高信頼性のセラミックス製品を製造するためには、性能と信頼性を低下させる原因となる粗大欠陥の発生と発達機構を理解し抑制する必要がある。本論文では、セラミックスの成形体から焼結体までの内部構造をマイクロ X 線 CT を用いて 3 次元的に追跡観察することで、焼結に伴う粗大欠陥の発生と発達機構の解明を試みた。はじめにマイクロ X 線 CT によるセラミックスの内部構造を 3 次元観察する時の精度と課題について検討を行った。その後、観察サンプルとして、顆粒を使用したプレス成形体と調製したスラリーを石膏型に铸込んで作製した铸込み成形体を作製し、焼結に伴う内部構造を追跡観察して構造変化と粗大欠陥の発生と発達過程を観察した。

マイクロ X 線 CT による内部構造観察では、最低分解能よりも数倍大きな気孔であれば観察が可能であることがわかった。また、成形体中の造構造由来の球形気孔の形状と分布を 3 次元的に観察することができた。この結果から、マイクロ X 線 CT はセラミックスに含まれる粗大欠陥の形状と分布を 3 次元的に観察することができる強力なツールであることが確認できた。また、非破壊観察によって、成形体の内部構造を熱処理前後で比較することで同一の粗大欠陥の発達過程を追跡観察すること大きな利点である。

アルミナ顆粒を使用して乾式プレス成形法によって成形体を作製し、その内部構造を成形体から焼結体まで追跡観察を行った。その結果、焼結体の相対密度が 60% から 90% までの初期から中期焼結の間で粗大欠陥は発達が行っていることが明らかとなった。また、成形体中に存在した顆粒表面の結合剤偏析層に由来する顆粒痕は疎なネットワーク構造を形成し、顆粒間の 3 重点に存在する粗大欠陥は顆粒界面に沿った形状に発達して機械的強度を低下させる原因ことが明らかとなった。成形体から粗大欠陥の発生と発達の原因の一つである顆粒痕を取り除くことで、焼結体の機械的強度を向上させることに成功した。次に、粗大欠陥の発達機構をより詳細に解明するために顆粒成形体の初期・中期焼結における構造変化の観察を行った。

初期焼結では、顆粒内部と顆粒界面の粗密差に由来して焼結の進行に差が生じていた。それによって、顆粒内部粒子の焼結が先行したため顆粒界面の粗大欠陥は顆粒内粒子の焼結による緻密化によって一次粒子間の細孔を吸収し粗大化が進行することが明らかとなった。顆粒ごとにも焼結速度に違いがあり、焼結が先行する顆粒界面に存在する粗大欠陥は顆粒界面の拡大によって粗大欠陥同士が合体して成長することが明らかとなった。

中期焼結では、顆粒内粒子だけでなく顆粒界面も焼結が進行し始めており、時間と共に顆粒界面の緻密化が進行していることが明らかとなった。顆粒内粒子の焼結も初期焼結よりも進行しており、中期焼結中の粗大欠陥の発達は初期焼結に比べて緩やかな傾向であることがわかった。

初期から中期焼結における粗大欠陥の発達機構を検討した。焼結初期では焼結によって気孔周辺の粒子が変形して微細気孔が中心の気孔に合流することで成長することがわかつ

た。焼結中期では粒界にある開気孔が緻密化にともなって粒界を移動し、粗大欠陥に取り込まれることで粗大欠陥が成長することを明らかにできた。この結果は粗大欠陥を含まないセラミックスを作製するためには、成形体内の粒子の密度差をなくし焼結工程において粒子を均一に緻密化させる必要があること示している。

本論文は「3次元観察による焼結中のアルミナセラミックスの粗大欠陥の発達過程の解明」と題し、以下の7章より構成されている。

第1章は「序論」では、セラミックスの製造工程における現在の状態とその問題点、それに対する新たなアプローチについてまとめ、本研究の目的を述べた。

第2章「マイクロX線コンピュータ断層撮影法を取り入れたセラミックス構造観察の検討」では、マイクロX線CTをセラミックスの構造観察へ用いる際の利点の問題点を評価した。

第3章「アルミナ顆粒から作製した成形体の焼結に伴う構造変化と粗大欠陥の発達過程の解明」では、アルミナ顆粒から作製した成形体の焼結に伴う内部構造を追跡観察し、粗大欠陥の発生と発達過程を観察した。

第4章「粗大欠陥の発生と発達に及ぼす顆粒性状の影響」では、顆粒の結合剤偏析層が焼結に伴う粗大欠陥の発生と発達に与える影響について観察し、焼結体の機械的強度への影響を評価した。

第5章「初期・中期焼結における粗大欠陥発達機構の解明」では、初期から中期焼結における粗大欠陥の発生と発達過程を解明した。

第6章「鋳込み成形体中の異方性焼結の評価」では、鋳込み成形体の粒子充填に伴う焼結の異方性を観察した。

第7章では総括し、結論を述べた。